

【 熱測定応用研究のページ 】

TG/DTA と FTIR による樹脂部品の測定
(サイレントチェンジへの対策)

太田 充
株式会社島津製作所
分析計測事業部

Measurement of Resin Parts
with TG/DTA and FTIR

Mitsuru Ohta
Shimadzu Corporation
Analytical & Measuring Instruments Division

1. はじめに

コスト削減あるいは規制による使用原料の制限などの理由で発注者の承認を得ないまま取引先の部品・素材メーカーなどが独断で製品の部材や材料の組成等を変えてしまうことを「サイレントチェンジ」と呼んでいるが、これによる製品の予期せぬ不具合や発火などの事故事例が増加している。この対策のため部品・素材の変化の追跡の手法が検討されているが、対象が高分子材料の場合はフーリエ変換赤外分光法 (FTIR) や熱分析が有用と考えられている。ここでは、分析機器に使用されていたモーターのギヤの不具合に対して解析を行った事例をご紹介します。

2. モーターの樹脂ギヤの測定

Fig.1 に対象となったモーターのギヤの形状写真を示す。これら2つのギヤは樹脂からできており、不具合品は短期間の使用でギヤに滑りが生じ、正常に動作しなくなった。写真によると正常品と不具合品で一定期間使用後にギヤ歯面の形状に差が見られた。不具合品は摩耗により歯の頂部がなくなっている。この原因を探るべく FTIR と TG/DTA を用いて測定・解析を行った。

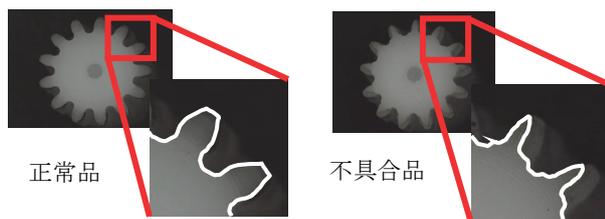


Fig.1 Photos of resin gears.

3. FTIR による測定結果

一般的な樹脂の定性手法である FTIR を用いて測定し、それぞれの赤外吸収スペクトルを比較した。Fig.2 に測定結果を示す。両者とも $1100\sim 800\text{ cm}^{-1}$ 付近に現れる C-O-C 伸縮振動によるきわめて強い吸収から樹脂の種類はポリアセタール (POM) であると推測できた。ただし正常品と不具合品の赤外スペクトルには明確な差異は認められなかった。

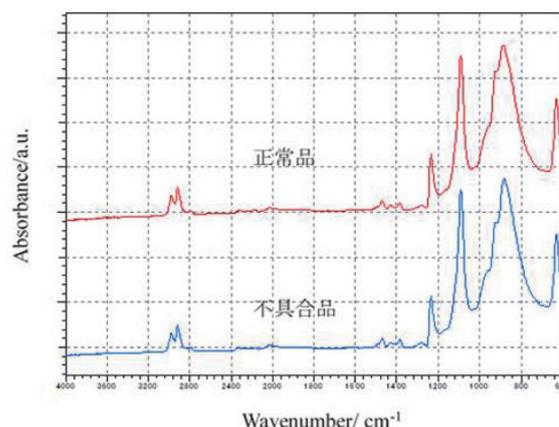


Fig.2 IR spectrum of resin gears.

4. TG/DTA による測定結果

次に TG/DTA を用いて測定し比較を行った。Fig.3 に測定結果を示す。DTA の $150\sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 付近に見られる吸熱ピークは融解と考えられる。ピーク温度は正常品は $172.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、不具合品は $166.9\text{ }^{\circ}\text{C}$ で正常品の方が高く測定された。また融解熱量を比較すると 138.2 J g^{-1} と 126.7 J g^{-1} となり正常品の方が大きな値を示し結晶化度が高いことが予想された。 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上では TG で重量減少、DTA で吸熱ピークが観察され、この温度域では分解が生じていることが予想された。比較すると不具合品の方が高温から分解が開始し、熱安定性が高いことが示された。

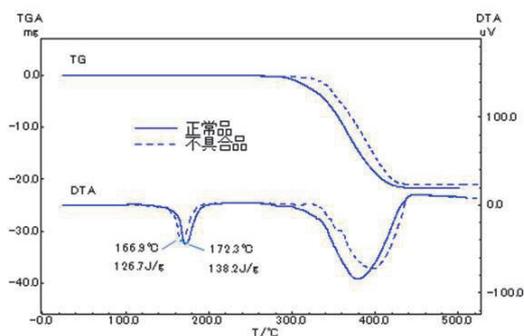


Fig.3 TG/DTA data of resin gears.

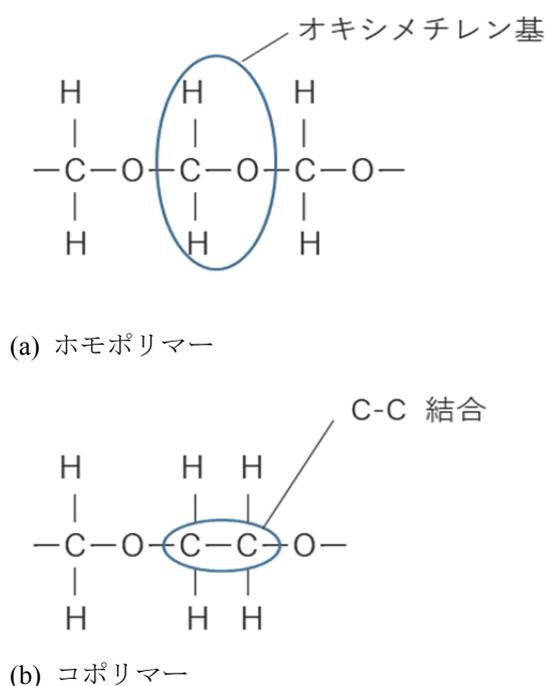


Fig.4 Molecular structure of (a) homopolymer (b) copolymer of polyacetal.

5. ポリアセタールの種類と特性

エンジニアリングプラスチックの1つであるポリアセタールには、ホモポリマーとコポリマーの2種類が存在する。**Fig.4**にホモポリマーとコポリマーの分子構造を示す。

Fig.4(a) ホモポリマーはオキシメチレン基 (-CH₂O-) が繰り返された主鎖を骨格としている。同一の単位により構成されているため高分子鎖が相対的に高い密度で集合する。そのため融点、結晶化度が高くなっている。また、**Fig.4(b)** コポリマーは主鎖に (C-C) 結合が存在し結晶化度はホモポリマーより低くなるが、熱安定性は優れている。^{1,2)} ポリアセタールにおいて、このような分子構造の違いによってTG/DTAでは2種試料の測定結果に差が見られたと考えられる。

6. まとめ

樹脂の定性において一般的にはFTIRが簡単で確実な方法と考えられる。今回対象となった樹脂ギヤはC-O-C伸縮振動による強い吸収からポリアセタールであると容易に定性を行うことができた。しかし、IRスペクトルではホモポリマーとコポリマーの識別は容易ではなく、両者の違いはDTAあるいはTGを用いることによって融解や分解挙動の差として明瞭に把握することができた。熱分析とFTIR両手法の相補的な解析が有効であった。結論として

は今回のモーターの不具合は樹脂ギヤの素材がポリアセタールのホモポリマーから、機械的強度に劣るコポリマーに変更されていたために起こった事象であると解析できた。このような「サイレントチェンジ」に関わる不具合、事故事例が増加しており、今後この解析に熱分析がさらに活躍すると期待される。また、組成、添加剤等の変更による差を確認する場合には発生ガスの定性も有効と考えられ、それにはTG-FTIRやTG-MSなど熱分析と定性分析装置を直結した複合システムなども有効な手段と考えられる。

文 献

- 1) 高分子分析ハンドブック, 朝倉書店, 481-485 (2008).
- 2) プラスチック・機能性高分子材料辞典, 産業調査会 辞典出版センター, 233-247 (2004).